マルテンサイト鋼の高速ドリル加工によるドリル穴表層における超微細結晶粒組織形成とその力学特性

戸高 義一*・川畑 雄士*²・Jinguo Li*³・田中 修二*⁴・小栗 和幸*⁵
鈴木 正*⁴・梅本 実*・土谷 浩一*⁶

Formation of Ultrafine-grained Structure at Drill-hole Surface of Martensitic Steels by
High-speed Drilling and Their Mechanical Properties

Yoshikazu TODAKA, Yuji KAWABATA, Jinguo LI, Shuji TANAKA, Kazuyuki OGURI,
Tadashi SUZUKI, Minoru UMEMOTO and Koichi TSUCHIYA

Synopsis : Microstructure and mechanical properties of martensitic steels after ultrafine-crystallized drilling were investigated. Nano- (at top surface) and submicron-crystalline structures (UFG structure) were formed near drill-hole surface at more than A_{c1} by ultrafine-crystallized drilling. The nanocrystalline structure has extremely high hardness and high thermal stability. These characteristics of nanocrystalline structure were similar to those formed by ball milling and shot peening. The tensile property of specimen with UFG structure near the specimen surface showed the similar deformation behavior to that without UFG structure. The fatigue life of specimen with surface UFG structure increased independently of the existence of residual compression stress as compared to that without UFG structure.

Key words : nanocrystalline; ultrafine grain; surface; drilling; cutting; hardness; tensile property; fatigue property; martensitic steel.

1. 緒言

近年、強ひずみ加工による結晶粒微細化の研究が盛んに行われている。バルクを対象とした場合、加工の難しさやコストの面から、現時点での実用化は難しい状況にある。一方で、被加工材の表層のみを強ひずみ加工する方法が、実用化の面からも注目されている。切削・研削加工は、所定の形状に加工すると同時に、材料表層にナノ結晶粒組織を形成できる優れた表層強ひずみ加工法である。

切削・研削加工の分野では古くから白層と呼ばれる組織の形成が問題視されている。切削・研削加工における白層の形成については、Fieldら¹⁾やGriffiths²⁾の解説が詳しい。白層は、①強ひずみ加工によるナノ・サブミクロン結晶粒組織（超微細結晶粒 (ultrafine-grained, UFG) 組織）、②加工発熱によるオーステナイト化とその後の急冷によるマルテンサイト組織、③雰囲気ガスなどとの反応生成物のいずれかであると考えられている。Turleyによるリーマ加工材のTEM観察により、ナノ結晶粒組織の形成が初めて報告された³⁾。近年、工具の高性能化に伴って、ハードターニングなどのように高硬度な鉄鋼材料を切削・加工することが

増加している。そのため被加工部では、切削抵抗の増加に伴う強ひずみ加工が生じるため、UFG組織の形成が多数報告されるようになった⁴⁻¹⁰⁾。Todakaらによれば、同条件でドリル加工した場合、被加工材の硬度が高いほどUFG組織の層厚が増加することが報告されている^{8,9)}。また、切削・研削加工でも、条件を調整することで、ナノ結晶粒組織の形成と同時に残留圧縮応力を付与することができ^{6,10)}。調質後の材料を加工する場合、その後の熱処理による残留圧縮応力の消失がないため、その利用が期待できる。

本研究では、高速ドリル加工によりマルテンサイト鋼に形成するナノ・サブミクロン結晶粒組織の形成メカニズムを調査した。供試材には、比較的厚いUFG層を得るため、焼入れまま材を用いた。また、ドリル穴表層にナノ・サブミクロン結晶粒組織を形成させることによる引張、疲労特性の変化も調査した。引張、疲労試験には、UFG層形成時の加工発熱で生じる軟化層の影響を低減するため、焼戻し材を用いた。本研究では、主に単純組成鋼のS55C炭素鋼を用いた。しかしながら、疲労試験では、加工発熱による軟化層形成を低減させるため、また、実用化の検討を目

平成21年3月31日受付 平成21年9月11日受理 (Received on Mar. 31, 2009; Accepted on Sep. 11, 2009)

* 豊橋技術科学大学 (Toyohashi University of Technology, 1-1 Hibiyaoka Tempaku-cho Toyohashi 441-8580)

*² 豊橋技術科学大学 (現：日立金属 (株)) (Toyohashi University of Technology, now Hitachi Metals)

*³ 豊橋技術科学大学 (現：Institute of Metal Research, China) (Toyohashi University of Technology, now Institute of Metal Research, China)

*⁴ (株)ユニバンス (Univance Corporation)

*⁵ 三菱重工業 (株) (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.)

*⁶ 豊橋技術科学大学 (現：物質・材料研究機構) (Toyohashi University of Technology, now National Institute for Materials Science)

的に、S55C炭素鋼に比べて焼入れ性のよいSNCM439高張力鋼を用いた。

2. 実験方法

供試材の組成は、S55C: 0.56% C, 0.20% Si, 0.72% Mn, 0.02% Ni, 0.10% Cr, 0.04% Cu, 0.012% P, 0.014% S (mass%) およびSNCM439: 0.40% C, 0.30% Si, 0.70% Mn, 1.85% Ni, 0.80% Cr, 0.25% Mo (mass%) である。S55C材は、焼入れまま材と焼戻し材の2種類を用意した。焼入れまま材は、1000°Cで3.6ks保持後氷水焼入れして作製した。焼戻し材は次の手順で熱処理した。950°Cで3.6ks保持後空冷して850°Cで3.6ks保持後50°Cの油へ焼入れを行い、直ちに液体窒素へ投入してサブゼロ処理を行った。その後400°C、3.6ks保持の焼戻しを行った。SNCM439材は、820~870°Cに加熱後油焼入れし、580~680°Cで焼戻しを行った。S55Cの焼入れまま材、焼戻し材およびSNCM439焼戻し材のビッカース硬さは、それぞれHv 7.8, 4.1, 3.3 GPaであった。

それぞれの試料についてUFG化ドリル加工を行い、ドリル穴表層にUFG組織をもつ試料を作製した。光学顕微鏡(OM)、走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)による組織観察、X線回折(XRD)、残留応力測定、ビッカース硬さ試験、引張試験、疲労試験を行った。

OM, SEM観察およびビッカース硬さ試験は、ドリル加工の送り方向に平行にドリル穴を切断し、そのドリル穴表層の断面組織について行った。OM, SEM観察用の腐食液には5%ナイトール(5 vol% HNO_3 + 95 vol% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)を用いた。TEM試料は、ドリル加工の送り方向に平行にドリル穴を切断後、ドリル穴表面に接するように表層から3 mm円板を切り出し、テヌポールによる電解研磨(7 vol% HClO_4 + 90 vol% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ + 3 vol% H_2O 電解液)で作製した。

X線回折にはCu- K_α 線を用いた。また、残留応力測定にはCr- K_α 線(40 kV, 40 mA)を用い、残留応力の算出には純Fe(211)面($2\theta=156.4^\circ$)の回折ピークを用いた。ピーク位置は、ピークが最大となる角度とした。算出方法には各 Ψ (試料面法線と結晶面法線のなす角)における結晶面間隔の変化から応力を算出する $\sin^2\Psi$ 法を用い、応力定数(材料と測定波長により決まる定数)は-299.1 MPaとした¹¹⁾。

引張試験片の作製方法および形状をFig. 1に示す。試験片にはS55C焼戻し材を用いた。直径 $\phi 3$ mmのドリル穴をUFG化ドリル加工条件(切削速度 $v=75$ m/min, 送り速度 $f=0.05$ mm/rev, 冷却なし)で開けた(UFG化ドリル加工材)。比較材として従来ドリル加工条件($v=40$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, 冷却なし)でドリル穴を開けた試料を作製した(従来ドリル加工材)。試験片厚さは $t=2$ mmとし、ドリル穴表面以外の面を機械研磨後電解研磨した。

Fig. 2に疲労試験片形状を示す。試験片にはSNCM439焼

Fig. 1. Preparation procedure of specimen for tensile test.

Fig. 2. Shape of specimen for fatigue test.

戻し材を用いた。試験片中央部に直径 $\phi 8$ mmのドリル穴をUFG化ドリル加工条件($v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, オイルミスト冷却)で開けた(UFG化ドリル加工まま材)。比較材として、従来ドリル加工条件($v=40$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, オイルミスト冷却)でドリル穴を開け、その後表面粗さ改善のためにリーマ加工した試料を作製した(従来ドリル加工材)。また、後述するようにUFG化ドリル穴表層では圧縮応力が残留する。疲労特性に及ぼす純粋なUFG化の影響を調べるため、UFG化ドリル加工材に熱処理を施し、残留圧縮応力を除去した。熱処理条件は、後述する残留応力に及ぼす熱処理温度の影響を調査した結果から、400°C、3.6ks保持(Ar雰囲気)とした(UFG化ドリル加工後400°C熱処理材)。熱処理後残留圧縮応力はほぼ除去された。また、母組織はあらかじめ580~680°Cで焼戻しされているのでほとんど変化がないと考えられる。疲労試験は、応力比 $R=0.1$ 、サイン波形、周波数13~15 Hzに設定し、引張応力620 MPaの1水準で部分片振り引張疲労試験を行った。

3. 結果および考察

3.1 ドリル穴表層の組織と形成メカニズム

UFG化ドリル加工したS55C焼入れまま材のOM組織をFig. 3に示す。Fig. 3上段に、UFG化ドリル加工により貫通したドリル穴断面のOM組織を示す。白層は、ドリル穴の入口(右側)、出口(左側)で層厚が薄くなるものの、ドリル穴表層ほぼ全域にわたって形成した。また、Fig. 3下段に示したドリル穴を貫通させずに加工を停めた場合の

Fig. 3. OM (optical microscope) micrographs near the drill-hole surface of S55C as-quenched martensitic (α') steel (initial hardness: Hv 7.8 GPa) after ultrafine-crystallized drilling (drill diameter: ϕ 5 mm, cutting speed: $v=80$ m/min, feed rate: $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling).

Fig. 4. SEM (scanning electron microscope) micrograph showing the result of Vickers hardness test (10 g, 10 s) near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling).

OM組織より、白層はドリル加工の切削時に形成することがわかった。白層が観察された試料のドリル穴表層のSEM組織をFig. 4, 5に示す。OMで白層に観察された組織は、SEMでは灰色の均一なコントラストの層として観察された。この層は、ドリル穴表面から深さ $5\mu\text{m}$ 程度まで結晶粒径 20nm のナノ結晶粒組織であり、さらに試料内部では結晶粒径 200nm のサブミクロン結晶粒組織であった(Fig. 5, 6)。Fig. 5, 6から、UFG化ドリル加工により形成したナノ・サブミクロン結晶粒組織は等軸粒からなることがわかった。また、サブミクロン結晶粒組織においては、マルテンサイト組織特有の双晶も観察された(Fig. 6c)。以後、SEM観察において均一なコントラストで観察されるナノ・サブミクロン結晶粒組織をUFG組織と呼ぶ。Fig. 4に、S55C焼入れまま材に形成したUFG組織のビッカース硬さ試験の結果を示す。UFG組織では、試料の初期硬さ

Fig. 5. SEM micrographs near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling). The enlarged micrographs at (b) nano- and (c) submicron-crystalline regions in (a).

Hv 7.8 GPaに比べて $2\sim 3$ GPa高い値を示した。しかし、UFG組織直下の領域では、UFG化ドリル加工により発生した加工発熱により焼戻しされ、Hv 5 GPaまで軟化した。Fig. 7, 8に、 400°C 、 600°C (3.6 ks保持, Ar雰囲気)で熱処理した試料の組織を示す。旧ナノ結晶粒組織では、 400°C 熱処理でも著しい結晶粒成長は見られず(Fig. 7a)、 600°C の熱処理でさえも $100\sim 200\text{nm}$ 前後の組織であった(Fig. 8)。一方、旧サブミクロン結晶粒組織は、 400°C の熱処理で粒界にセメントライトが析出し(Fig. 7b)、さらに 600°C で熱処理すると $1\mu\text{m}$ 程度に粒成長した(Fig. 9)。また、Fig. 9からわかるように、旧ナノ結晶粒組織は旧サブミクロン結晶粒組織と明瞭な境界を形成する。明瞭な境界の形成とナノ結晶粒組織が熱的に安定な理由については、合金元素や不純物元素の粒界への凝集の影響¹²⁾が考えられるが、十分明らかになっていない。また、UFG組織と母組織の境界の形成は、UFG組織が形成した領域が加工発熱により共析変態温度 A_{c1} を超えたことに起因する^{8,9)}。UFG化が A_{c1} 以上の高温で生じていると考えられる理由を次に述べる。Fig. 5a中のサブミクロン結晶粒領域では、

Fig. 6. TEM (transmission electron microscope) BF (bright field) and DF (dark field) images of (a), (b) nano- and (c) submicron-crystalline regions near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling). The SAD (selected-area diffraction) rings (ϕ 1.2 mm in aperture size) taken from (a).

Fig. 7. SEM micrographs of (a) prior nano- and (b) prior submicron-crystalline regions near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling) and subsequent annealing at 400°C for 3.6 ks.

Fig. 8. TEM image of prior nano-crystalline regions near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling) and subsequent annealing at 600°C for 3.6 ks.

フェライト粒（腐食した粒）とマルテンサイト粒（腐食しにくい粒）が観察され、試料表面に近づくにつれてマルテンサイト粒の割合が増加する。ここで観察されるマルテンサイト粒はサブミクロンサイズであり (Fig. 6c), 切削加工中にオーステナイト化し、新たに生成したと考えられる。XRDにおいて、無加工材に比べてUFG化したドリル穴表層で残留オーステナイト相の増加が認められたことから (Fig.10), A_{c1} 以上の温度でUFG化していることがわかる。また、試料表面は内部に比べて加工発熱の程度が大きく、

Fig. 9. SEM micrographs near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 2.5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling) and subsequent annealing at 600°C for 3.6 ks. (b) The enlarged micrograph at the nano-/submicron- crystalline boundary in (a).

Fig. 10. XRD (X-ray diffraction) spectra of S55C as-quenched α' steels before/after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling).

サブミクロン結晶粒組織でフェライト粒が観察されない領域は, A_{c3} 以上に上昇したと考えられる。このようにUFG組織は炭素を固溶した組織であるため、母組織に比べて腐食がされにくく、その結果OM観察において白層として観察される。

Fig. 11. (a) SEM micrograph near the drill-hole surface of S55C as-quenched α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 2.5 mm, $v=80$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, oil mist cooling) observed from the drilling direction. (b) The displacement, x , of α' structure from the initial position, (c) the shear strain, γ , and (d) the shear strain gradient, χ , as a function of depth z from the top surface of drill-hole.

ドリル加工によるナノ・サブミクロン結晶粒化は、大きな歪量、歪勾配が高歪速度で付与されること^{7,8)}、また、それによる加工発熱で Ac_1 以上に達して動的相変態が起こることにより生じると考えられる^{8,9)}。切削抵抗による加工発熱を利用して局部的に軟化させて塑性変形を容易にし、工具／被加工材界面で生じる摩擦により強ひずみ加工を実現している。塑性変形領域を制限することで、被加工材表層に大きな歪量を付与でき、結果として大歪勾配が生じる。加工発熱を利用して被加工部を軟化させるため、高硬度なS55C焼入れまま材においてさえも、短時間に大きな剪断歪量 γ ・剪断歪勾配 χ を付与できる(Fig.11)。また、相変態が加工中に起こることで、生成したオーステナイト粒が強ひずみ加工されて結晶回転することでバリエーションを回避し、オーステナイト粒の微細化およびその後の微細なフェライト粒・マルテンサイト粒の形成につながったと考えられる。

Fig.11において、ドリル加工後のマルテンサイト組織の変形形態より、ドリル穴表面での γ , χ をそれぞれ24, $8.3 \mu\text{m}^{-1}$ と見積もることができる^{7,8)}。ここでは、ドリル加工前のマルテンサイトのラス組織が切削方向に対して垂直であったと仮定し、ドリル加工後のラス組織の変形量 x から γ , χ を見積もった。同様に、ドリルの切削速度 v を用いて剪断歪速度 $\dot{\gamma} (= \gamma \cdot v/x)$ を見積もった(Fig.11c)。Ashbyは、転位を統計的に蓄積する転位 (statistically stored dislocation, SS転位) と幾何学的に必要な転位 (geometrically necessary dislocation, GN転位) に分類した¹³⁾。SS転位は均一変形により、また、GN転位は不均一変形により導入される。GN転位密度 ρ_{GN} は歪勾配 χ に比例し、 $\rho_{GN} = \chi/b$ (b :

バーガース・ベクトルの大きさ) で表される。このことから、100 nm以下の結晶粒がもつ粒界エネルギーと同等の転位密度 (ここではGN転位を仮定) が生じる歪勾配は、 $1.4 \mu\text{m}^{-1}$ 以上であることが算出できる¹⁴⁾。この値は、Fig.11の組織から見積もった値と、オーダーとしてよい一致を示す。また、 10^5s^{-1} を超える剪断歪速度 $\dot{\gamma}$ で加工されることから(Fig.11c)、極めて微細な動的再結晶粒が形成することが予想される。瀬沼らは、Mn-Si鋼を供試材としてオーステナイト相域での高 Z 加工 (Z : Zener-Hollomonパラメータ, $Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT)$, $\dot{\epsilon}$: 歪速度, Q : 変形のための見かけの活性化エネルギー, R : ガス定数, T : 試料温度) により形成する動的再結晶粒径 D_{dyn} を $D_{\text{dyn}} = 22600 Z^{-0.27}$ で示した¹⁵⁾。ドリル加工で得られる組織は定常状態ではないと思われるが、上式により D_{dyn} を算出すると、母組織近くのサブミクロン結晶粒組織を想定した場合 ($Q = 267 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$, R : $8.32 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $T = 1073 \text{ K}$, $\dot{\epsilon}(\dot{\gamma})$: 10^5 s^{-1}) 約300 nmとなり、観察された組織とよい一致を示す。しかし、上式にて、観察された20 nmのナノ結晶粒組織を形成する歪速度を求めると 10^9 s^{-1} 程度となり、転位の速度限界を超える。被加工部の変形メカニズムを含め、ナノ結晶粒組織形成のメカニズム解明にはさらなる検討が必要である。

3.2 引張試験結果

UFG化・従来ドリル加工により作製したS55C焼戻し材の引張試験結果をFig.12に示す。試験片に平行部がないことから、横軸を試験機のクロスヘッド変位とした。従来ドリル加工材においてはUFG組織は観察されなかった。一方で、UFG化ドリル加工材では層厚 $30 \mu\text{m}$ のUFG組織が観察された(Fig.13)。このことから、UFG組織は引張試験

Fig. 12. Tensile properties of the drilled S55C tempered α' steels with/without UFG (ultrafine-grained) structure near the specimen surface. Normal drilling condition: ϕ 3 mm, $v=40$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, no cooling. Ultrafine-crystallized drilling condition: ϕ 3 mm, $v=75$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, no cooling.

Fig. 13. Fractography of the drilled S55C tempered α' steel with UFG structure near the specimen surface after tensile test. (b) The enlarged micrograph at UFG structure region in (a). Ultrafine-crystallized drilling condition: ϕ 3 mm, $v=75$ m/min, $f=0.05$ mm/rev, no cooling.

部断面積の2%程度であることがわかる。Fig.12に示すように、UFG組織の有無に関係なく、ほぼ同様の变形挙動を示した。UFG組織のビッカース硬さはHv 9~10 GPaであった。このような高い硬度をUFG組織が示すこと、また、加工発熱による焼戻し組織の形成によりUFG組織直下の硬さが低下することから、伸びの低下が懸念された。しかしながら、UFG組織の形成に伴う变形挙動の変化は認められなかった。引張試験後の破断面をFig.13に示す。ドリル穴表層に形成したUFG組織とそれより内部の組織で破面形態に明瞭な差異が認められた(Fig.13a)。UFG組織においてもディンプルが観察され(Fig.13b)、延性を有することがわかった。UFG組織で観察されたディンプルの大きさは母組織のそれに比べて小さく、形態の差異はディンプルの大きさの違いに起因していることがわかった。

Fig. 14. SEM micrographs near the drill-hole surface of SNCM439 tempered α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 8 mm, $v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling). (b) The enlarged micrograph at nano- and submicron-structure region in (a).

Fig. 15. TEM DF images of (a) nano- and (b) submicron-crystalline regions near the drill-hole surface of SNCM439 tempered α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 8 mm, $v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling).

3・3 疲労試験結果

UFG化ドリル加工したSNCM439焼戻し材のSEM組織をFig.14に示す。層厚10 μmのUFG組織が観察され、Fig. 4, 5に示したS55C焼入れまま材に形成したUFG組織とほぼ同じ形態を呈していることがわかる。UFG組織は疲労試験部断面積のたかだか0.2%程度である。また、従来ドリル加工材のドリル穴表層では、母組織とほぼ同様のSEM組織が観察された。UFG化ドリル加工材におけるTEM組織(Fig.15)から、UFG組織は、数10 nmのナノ結晶粒組織と、その直下の双晶を有するサブミクロン結晶粒組織からなることがわかった。UFG組織のビッカース硬さはHv 8~9 GPaであった。また本試料では、加工発熱によるUFG組織直下の硬さの低下は認められなかった。このように加工発熱による軟化は、試料組成、加工条件の選定により、抑制することができる。残留応力測定の結果(Fig.16)、UFG化ドリル加工後のドリル穴表面において、-400~-500 MPaの圧縮応力が残留することがわかった。残留応力は、200°Cの加熱においてもほとんど変化はないが、400°C、3.6 ksの熱処理でほぼ完全に消失する(Fig.16)。疲労特性に及ぼす純粋なUFG化の影響を調べる目的で、UFG化ドリル加工後の試料に400°C、3.6 ksの熱処理を施した試料(UFG化ドリル加工後400°C熱処理材)を作製した。Fig.17に、UFG化ドリル加工後400°C熱処理材におけるドリル穴表層のSEM組織を示す。UFG化ドリル加工まま材の組織(Fig.14)に比べて個々の結晶粒が明瞭に観察できる。これは、ドリル加工後ほぼ均一に分散していた炭素が

Fig. 16. Residual stresses at the drill-hole surface of SNCM439 tempered α' steels after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 8 mm, $v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling) and annealing at various temperatures for 3.6 ks.

Fig. 17. SEM micrographs near the drill-hole surface of SNCM439 tempered α' steel after ultrafine-crystallized drilling (ϕ 8 mm, $v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling) and subsequent annealing at 400°C for 3.6 ks. (b) The enlarged micrograph at UFG structure region in (a).

熱処理によりセメントイトとして析出したこと、また、強ひずみ加工により導入された転位が回復したことにより、組織観察のためのナイトール腐食の程度が改善したためであると考えられる。UFG化ドリル加工まま材とその400°C熱処理材の結晶粒径では、大きな変化は認められず、ナノ・サブミクロンサイズの結晶粒径を保持していた。

Fig.18に、UFG化ドリル加工まま材、UFG化ドリル加工後400°C熱処理材、従来ドリル加工材の疲労試験結果を示す。従来ドリル加工材では 10^5 回程度で破断するのに対して、UFG化ドリル加工まま材およびその熱処理材では 10^7 回においても破断は認められなかった。この結果は、UFG化ドリル加工により疲労寿命が著しく向上することを示す。また、残留圧縮応力を除去したUFG化ドリル加工後400°C熱処理材においても 10^7 回まで破断しなかったことから、残留圧縮応力によらず超微細結晶粒化のみにおいても疲労寿命が向上することがわかった。

Fig. 18. Fatigue properties of the SNCM439 tempered α' steels after normal drilling (ϕ 8 mm, $v=40$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling), ultrafine-crystallized drilling (ϕ 8 mm, $v=120$ m/min, $f=0.1$ mm/rev, oil mist cooling) and subsequent annealing at 400°C for 3.6 ks.

4. まとめ

本研究では、高速ドリル加工によりドリル穴表層に形成するUFG組織の特徴を明らかにし、その形成メカニズムを考察した。また、ドリル穴表層にUFG組織を形成させた試料の引張特性および疲労特性を調査した。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 高速ドリル加工により、ナノ・サブミクロン結晶粒からなるUFG組織が形成し、それは高硬度を有し、また、 $-400 \sim -500$ MPaの圧縮応力が残留した。
- (2) 形成したナノ結晶粒組織は、600°Cの熱処理でさえも著しい結晶粒成長を起こさなかった。
- (3) 高速ドリル加工によるUFG組織の形成は、 A_{c1} 以上の温度で生じることがわかった。
- (4) 引張試験において、UFG組織形成に伴う変形挙動の変化は認められなかった。また、引張試験後のUFG組織の破面においてディンプルが観察され、高速ドリル加工により形成するUFG組織は延性を有することが分かった。
- (5) 疲労試験において、UFG化ドリル加工まま材において著しい疲労寿命の向上が認められた。また、UFG化とともに付与される残留圧縮応力を加熱により除去した試料においても疲労寿命の向上が認められた。このことから、残留圧縮応力によらず、UFG化のみにおいても疲労寿命が向上することが明らかとなった。

試料をご提供いただきました愛知製鋼(株)に厚くお礼申し上げます。本研究は、(社)日本鉄鋼協会「鉄鋼研究振興助成」および科学研究費補助金により行ったことを記して謝意を表します。

文 献

- 1) M.Field and J.F.Kahles: *Ann. CIRP*, **20** (1971), 153.
- 2) B.J.Griffiths: *J. Tribol.*, **109** (1987), 525.
- 3) D.M.Turley: *Mater. Sci. Eng.*, **19** (1975), 79.
- 4) S.Akcan, S.Shah, S.P.Moylan, P.N.Chhabra, S.Chandrasekar and H.T.Y.Yang: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2002), 1245.
- 5) X.Sauvage, J.M.Le Breton, A.Guillet, A.Meyerb and J.Teillet: *Mater. Sci. Eng. A*, **362** (2003), 181.
- 6) A.Barbacki, M.Kawalec and A.Hamrol: *J. Mater. Process. Technol.*, **133** (2003), 21.
- 7) Y.Todaka, M.Umemoto, S.Tanaka and K.Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2209.
- 8) Y.Todaka, M.Umemoto, J.Li and K.Tsuchiya: *Rev. Adv. Mater. Sci.*, **10** (2005), 409.
- 9) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *Acta Mater.*, **55** (2007), 1397.
- 10) S.Smith, S.N.Melkote, E.Lara-Curzio, T.R.Watkins, L.Allard and L.Riester: *Mater. Sci. Eng. A*, **459** (2007), 337.
- 11) G.Matsumura: *X Sen Kaisetu Yoron*, 15th ed., AGNE, Tokyo, Japan (1976), 412. Japanese translation of; B. D. Cullity: *Elements of X-ray Diffraction*, 2nd ed., Addison-Wesley, Massachusetts, U.S.A., (1978).
- 12) S.Ohsaki, K.Hono, H.Hidaka and S.Takaki: *Scr. Mater.*, **52** (2005), 271.
- 13) M.F.Ashby: *Philos. Mag.*, **21** (1970), 399.
- 14) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *J. Alloys Compd.*, **434** (2007), 290.
- 15) T.Senuma, H.Yada, Y.Matsumura and T.Futamura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2112.